



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



⑪ Publication number: **0 296 408 B1**

⑫

EUROPEAN PATENT SPECIFICATION

④⑤ Date of publication of patent specification :
26.06.91 Bulletin 91/26

⑥① Int. Cl.⁵: **B29C 47/50, B29C 67/22,**
B29B 7/42, C08J 9/14,
// B29K105:04

②① Application number : **88109130.0**

②② Date of filing : **08.06.88**

⑤④ **Low density extruded foam having high compressive strength.**

③③ Priority : 26.06.87 US 67556

④③ Date of publication of application :
28.12.88 Bulletin 88/52

④⑤ Publication of the grant of the patent :
26.06.91 Bulletin 91/26

⑧④ Designated Contracting States :
DE FR GB IT NL

⑤⑥ References cited :
DE-B- 1 135 652
DE-B- 2 251 937
GB-A- 1 479 292
US-A- 3 151 192
US-A- 3 431 164
US-A- 4 454 087

⑦③ Proprietor : **GENERAL ELECTRIC COMPANY**
1 River Road
Schenectady New York 12305 (US)

⑦② Inventor : **Allen, Richard Brian**
Route 49, Yokun Road
Pittsfield Massachusetts 01201 (US)
Inventor : **Bacskai, Barbara Marie**
1416 Carolina Court Apartment 202
Schaumburg Illinois 60193 (US)
Inventor : **Roberts, Daniel Lee**
28 Windsor Drive
Albany New York 12205 (US)
Inventor : **Bopp, Richard Charles**
Box 249 Flatbush Road
Coxsackie New York 12192 (US)

⑦④ Representative : **Catherine, Alain**
General Electric France Service de Propriété
Industrielle 18 Rue Horace Vernet
F-92136 Issy-Les-Moulineaux Cedex (FR)

EP 0 296 408 B1

Note : Within nine months from the publication of the mention of the grant of the European patent, any person may give notice to the European Patent Office of opposition to the European patent granted. Notice of opposition shall be filed in a written reasoned statement. It shall not be deemed to have been filed until the opposition fee has been paid (Art. 99(1) European patent convention).

ted from butane, pentane, isopentane, pentene, hexane, heptane or a mixture of any of the foregoing.

12. A process as defined in Claim 10 wherein the blowing agent is a chlorofluorocarbon selected from CCl_3F , $\text{C}_2\text{Cl}_3\text{F}_3$, C_2ClF_5 , CCl_2F_2 , CHClF_2 or $\text{CClF}_2\text{-CClF}_2$ or a mixture of any of the foregoing.

13. A process as defined in claim 1 wherein the density of the foamed article is from 16 kg/m^3 (1.0) to 40 kg/m^3 (2,5 pounds per cubic foot).

14. A process as defined in claim 1 wherein the compressive strength is greater than 344.75 kPa (50 psi).

15. A foamed article obtained by the process of claim 1 which comprises a foam insulation board.

16. A foamed insulation board as defined in claim 15 wherein the thickness is from 35 to 65 mm.

17. A foamed article obtained by the process of claim 1 comprising from 1 to 99 parts by weight of a polyphenylene ether resin and from 99 to 1 parts by weight of a styrene resin, said article having a closed cell structure.

18. A foamed article as defined in claim 17 which also includes an effective amount of flame retardant additive.

19. A foamed article as defined in claim 18 wherein the flame retardant is selected from an organophosphate; a brominated aromatic compound, alone, or combined with an antimony synergist, hydrated alumina, or a mixture of any of the foregoing.

Ansprüche

1. Verfahren zum Herstellen eines stranggepreßten, geschäumten, strukturellen Erzeugnisses mit einer Dichte von weniger als 320 kg/m^3 (30 lbs./ft³) und einer Druckfestigkeit von $137,9 \text{ kPa}$ (20 psi) bis $689,5 \text{ kPa}$ (100 psi), umfassend ein technisches thermoplastisches Harz allein oder in Kombination mit einem aromatischen Alkenylpolymer und einem Treibmittel, mit einer geschlossenzelligen Struktur, wobei das Verfahren die Stufen umfaßt:

(a) Zuführen der Harzzusammensetzung zu einem Extruder,

(b) Schmelzen und Vermischen des Harzes,

(c) Einführen eines Treibmittels,

(d) Vermischen des Treibmittels mit dem Harz in dem Extruder,

(e) Abkühlen der Mischung, gegebenenfalls in einen zweiten Extruder und

(f) Schäumen der Mischung durch eine Düse, dadurch gekennzeichnet, daß das Treibmittel bei Raumtemperatur im Harz im wesentlichen unlöslich ist, es aber in der Schmelze im Extruder löslich ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, worin das technische thermoplastische Harz ein Polyphenylenätherharz umfaßt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, worin das technische thermoplastische Harz Poly(2,6-dimethyl-1,4-phenylenäther) umfaßt.

4. Verfahren nach Anspruch 2, worin die Polyphenylenätherharz-Zusammensetzung aus 10 bis 90 Gewichtsteilen Polyphenylenäther und entsprechend 90 bis 10 Teilen aromatischem Alkenylpolymer auf 100 Gewichtsteile der kombinierten Harze zusammengesetzt ist.

5. Verfahren nach Anspruch 2, worin das Polyphenylenätherharz ein Homopolymer oder Copolymer ist, das hauptsächlich aus 2,6-Dimethylphenylenäthereinheiten und 2,3,6-Trimethylphenylenäthereinheiten zusammengesetzt ist und eine Grenzviskosität von 0,1 bis 0,7 dl/g, gemessen in Chloroform bei 25°C , aufweist.

6. Verfahren nach Anspruch 1, worin das aromatische Alkenylharz ein Homopolymer oder Copolymer ist, das hauptsächlich aus Styrol und substituierten Styroleinheiten zusammengesetzt ist.

7. Verfahren nach Anspruch 6, worin das aromatische Alkenylharz kristallines Polystyrol ist.

8. Verfahren nach Anspruch 2, worin die Polyphenylenätherharz-Zusammensetzung weiter aus einem Zellbildner oder einem flammenhemmenden Mittel zusammengesetzt ist.

9. Verfahren nach Anspruch 1, worin das Treibmittel in einer Menge von 3 bis 15 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gewicht der Harzzusammensetzung, vorhanden ist.

10. Verfahren nach Anspruch 1, worin das Treibmittel ein aliphatischer Kohlenwasserstoff oder Chlorfluorkohlenstoff ist, der bei einer Temperatur unterhalb T_g der Harzzusammensetzung verdampft.

11. Verfahren nach Anspruch 10, worin das Treibmittel einen aliphatischen Kohlenwasserstoff umfaßt, ausgewählt aus Butan, Pentan, Isopentan, Penten, Hexan, Heptan oder einer Mischung irgendwelcher der vorstehenden.

12. Verfahren nach Anspruch 10, worin das Treibmittel ein Chlorfluorkohlenstoff ist, ausgewählt aus CCl_3F , $\text{C}_2\text{Cl}_3\text{F}_3$, C_2ClF_5 , CCl_2F_2 , CHClF_2 oder $\text{CClF}_2\text{-CClF}_2$ oder einer Mischung irgendwelcher der vorgenannten.

13. Verfahren nach Anspruch 1, worin die Dichte des geschäumten Erzeugnisses im Bereich von 16 kg/m^3 (1,0) bis 40 kg/m^3 (2,5 US-Pfund pro Fuß³) liegt.

14. Verfahren nach Anspruch 1, worin die Druckfestigkeit größer als 344,75 kPa (50 psi) ist.
15. Geschäumtes Erzeugnis, erhalten nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1, das eine Schaumdämmplatte umfaßt.
16. Schaumdämmplatte nach Anspruch 15 mit einer Dicke von 35 bis 65 mm.
17. Geschäumtes Erzeugnis, erhalten nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1, umfassend 1 bis 99 Gewichtsteile eines Polyphenylenätherharzes und 99 bis 1 Gewichtsteil eines Styrolharzes, wobei das Erzeugnis eine geschlossenzellige Struktur hat.
18. Geschäumtes Erzeugnis nach Anspruch 17, das auch eine wirksame Menge eines flammenhemmenden Zusatzes enthält.
19. Geschäumtes Erzeugnis nach Anspruch 18, worin der flammenhemmende Zusatz ausgewählt ist aus einem Organophosphat, einer bromierten aromatischen Verbindung allein oder kombiniert mit einem Antimon-Synergisten, hydratisiertem Aluminiumoxyd oder einer Mischung irgendwelcher der vorgenannten.

15 Revendications

1. Procédé pour préparer un article manufacturé fait d'une mousse structurée extrudée, ayant une masse volumique inférieure à 320 kg/m³ (30 lb/ft³) et une résistance à la compression de 137,9 kPa (20 psi) à 689,5 kPa (100 psi), comprenant une résine thermoplastique d'ingénierie, seule ou en combinaison avec un polymère alcénylaromatique, et un agent gonflant, ayant une structure à cellules fermées, ce procédé comprenant les étapes de :
- (a) introduction de la composition de résine dans une extrudeuse ;
 - (b) fusion et mélange de la résine ;
 - (c) introduction d'un agent gonflant ;
 - (d) mélange de l'agent gonflant avec la résine dans ladite extrudeuse ;
 - (e) refroidissement du mélange, éventuellement dans une seconde extrudeuse ; et
 - (f) expansion du mélange à travers une buse, le procédé étant caractérisé en ce que l'agent gonflant est essentiellement insoluble dans la résine à la température ordinaire, mais soluble dans la masse fondue dans ladite extrudeuse.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la résine thermoplastique d'ingénierie comprend une résine de polyphénylène éther.
3. Procédé selon la revendication 2, dans lequel la résine thermoplastique d'ingénierie comprend un poly(2,6-diméthyl-1,4-phénylène éther).
4. Procédé selon la revendication 2, dans lequel ladite composition de résine de polyphénylène éther est constituée de 10 à 90 parties en poids de polyphénylène éther et, de façon correspondante, de 90 à 10 parties en poids d'un polymère alcénylaromatique pour 100 parties en poids des résines combinées.
5. Procédé selon la revendication 2, dans lequel ladite résine de polyphénylène éther est un homopolymère ou copolymère constitué principalement de motifs de 2,6-diméthylphénylène éther et de motifs de 2,3,6-triméthylphénylène éther et a une viscosité intrinsèque de 0,1 à 0,7 dl/g, mesurée dans le chloroforme à 25°C.
6. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la résine alcénylaromatique est un homopolymère ou copolymère constitué principalement de motifs de styrène ou de styrène substitué.
7. Procédé selon la revendication 7, dans lequel ladite résine alcénylaromatique est un polystyrène cristal.
8. Procédé selon la revendication 2, dans lequel ladite composition de résine de polyphénylène éther comprend de plus un agent de nucléation ou un agent ignifugeant.
9. Procédé selon la revendication 1, dans lequel ledit agent gonflant est présent en une proportion de 3 à 15% en poids relativement au poids de la composition de résine.
10. Procédé selon la revendication 1, dans lequel ledit agent gonflant est un hydrocarbure aliphatique ou un chlorofluorocarbure qui se vaporise à une température inférieure à la T_v de la composition de résine.
11. Procédé selon la revendication 10, dans lequel l'agent gonflant comprend un hydrocarbure aliphatique choisi parmi le butane, le pentane, l'isopentane, le pentène, l'hexane, l'heptane ou un mélange quelconque de ceux-ci.
12. Procédé selon la revendication 10, dans lequel l'agent gonflant est un chlorofluorocarbure choisi parmi CCl₃F, C₂Cl₃F₃, C₂ClF₅, CCl₂F₂, CHClF₂ ou CClF₂-CClF₂ ou un mélange quelconque de ceux-ci.
13. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la masse volumique de l'article expansé est de 16 kg/m³ (1,0 lb/ft³) à 40 kg/m³ (2,5 lb/ft³).
14. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la résistance à la compression est supérieure à 344,75 kPa (50 psi).
15. Article expansé obtenu selon le procédé de la revendication 1, qui consiste en un panneau expansé

+49 621 6043989

<p>93-289232/37 A32 (A95) ROHG 92.03.06 ROEHM GMBH *DE 4207057-A1 92.03.06 92DE-4207057 (93.09.09) C08J 9/14, B29C 67/22, C08K 5/04, C08L 65/00, 71/10, 79/08, 81/06, 81/10 Expanded foam prodn. from high melting aromatic plastics - comprising mixing molten plastic under pressure with oxygen-contg. blowing agent, cooling under pressure and expanding melt C93-129054 Addnl. Data: BEHRENS F, DESEKE O, MEYKE J, NUMRICH U, VETTER H</p>	A(8-B1, 11-B6, 12-S4A1)
<p>Prepn. of expanded foam (I) from high-melting aromatic plastics (II) comprises making a homogeneous mixt. of (II) and an oxygen-contg. blowing agent (III), and expanding the mixt. in the thermoplastic state. The process comprises melting (II), mixing the melt with (III) under pressure above the T_g of pure (II), cooling the mixt. under pressure below the m.pt. of pure (II) to a temp. at which it is still molten and then expanding the mixt.</p>	<p>PREFERRED PROCESS (II) is a thermoplastic polyether-imide, polyether-sulphone or polyether-ketone-ketons. (III) is an aliphatic alcohol, ketone, ether or ester with b.pt. below 250° C at atmos. pressure and the amt. of (III) is 0.5-10 wt.% w.r.t. (II). The mixt. of (II) and (III) is cooled under pressure to a temp. (T) at least 10 K above the T_g of pure (II).</p>
<p>USE/ADVANTAGES Provides a physical process for the prodn. of medium- or high-density expanded foam from high-melting aromatic plastics such as polyetherimides or polyaryl ether-sulphones. The prods. are useful, e.g. for the prodn. of high-performance laminates for aircraft construction etc.</p>	<p>PROCESS CONDITIONS Pref. (III) is, e.g. methanol, acetone, MeOAc, THF etc. in amts. of 1.5-4 wt.%. The process can be carried out in an extruder by melting at 300-350° C and 50-150 bar and then cooling by 50-80 K (for medium- to high-density foam); the melt expands immediately after leaving the extruder.</p> <p>EXAMPLE A mixt. of Utem 1010 (RTM: polyether-imide) and 2.1 wt.% EtOAc was process at 340° C in a single-screw extruder with cylinder length 22D (1980 mm) and screw dia. 90 mm, and extruded through a 1 x 200 mm slot die at 63 kg/hr. The melting temp. was 340° C and the melt</p>

I DE4207057-A+

© 1993 Derwent Publications Ltd

<p>conditions were 330° C/84 bar at the point of addn. of the EtOAc, and 252° C/78 bar at the die outlet. The foam obtd. had density, 191 kg/m³; thickness, 11 mm; flammability (FAR 25.853 [b]), acceptable; smoke density (FAR 25.853 [a-1] or ATS 1000.001), acceptable; heat-build-up (FAR 25.853 [a-1]): HRR 37 kW/m², HR 53 kW.mm/m²; toxicity, acceptable. (6pp1712HWDwgNo0/0)</p>	
--	--

I DE4207057-A